

PATENT

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re application of: **Masataka FUKUIZUMI et al.**

Serial Number: **Not Yet Assigned**

Filed: **July 19, 2000**

For: **METHOD AND APPARATUS FOR PREPARING CHEMICAL SOLUTIONS**

**CLAIM FOR PRIORITY UNDER 35 U.S.C. 119**

Director of Patents and Trademarks  
Washington, D.C. 20231

July 19, 2000

Sir:

The benefit of the filing date of the following prior foreign application is hereby requested for the above-identified application, and the priority provided in 35 U.S.C. 119 is hereby claimed:

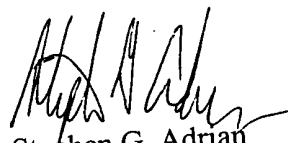
**Japanese Appln. No. 11-366734, filed December 24, 1999**

In support of this claim, the requisite certified copy of said original foreign application is filed herewith.

It is requested that the file of this application be marked to indicate that the applicants have complied with the requirements of 35 U.S.C. 119 and that the Patent and Trademark Office kindly acknowledge receipt of said certified copy.

In the event that any fees are due in connection with this paper, please charge our Deposit Account No. 01-2340.

Respectfully submitted,  
**ARMSTRONG, WESTERMAN, HATTORI  
McLELAND & NAUGHTON**

  
Stephen G. Adrian  
Reg. No. 32,878

Atty. Docket No.: 000810  
Suite 1000, 1725 K Street, N.W.  
Washington, D.C. 20006  
Tel: (202) 659-2930  
Fax: (202) 887-0357  
SGA/yap

8.29  
5/1/01  
#2



日 本 国 特 許 庁  
PATENT OFFICE  
JAPANESE GOVERNMENT

JC815 U.S. PTO  
09/619768  
07/19/00

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

#2

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日

Date of Application:

1 9 9 9 年 1 2 月 2 4 日

出 願 番 号

Application Number:

平成 1 1 年 特 許 願 第 3 6 6 7 3 4 号

出 願 人

Applicant (s):

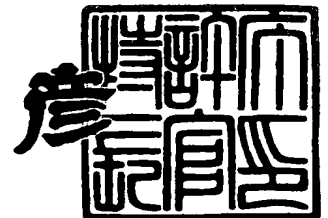
富士通株式会社

富士通ヴィエルエスアイ株式会社

2 0 0 0 年 3 月 2 4 日

特 許 庁 長 官  
Commissioner,  
Patent Office

近 藤 隆 彦



出証番号 出証特 2 0 0 0 - 3 0 2 0 3 3 3

【書類名】 特許願

【整理番号】 9940737

【提出日】 平成11年12月24日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 B01J 19/00

【発明の名称】 薬品製造方法及び薬品製造装置

【請求項の数】 14

【発明者】

    【住所又は居所】 愛知県春日井市高蔵寺町二丁目 1 8 4 4 番 2 富士通ヴェ  
                                ィエルエスアイ株式会社内

    【氏名】 福泉 正孝

【発明者】

    【住所又は居所】 愛知県春日井市高蔵寺町二丁目 1 8 4 4 番 2 富士通ヴェ  
                                ィエルエスアイ株式会社内

    【氏名】 的場 亨

【発明者】

    【住所又は居所】 愛知県春日井市高蔵寺町二丁目 1 8 4 4 番 2 富士通ヴェ  
                                ィエルエスアイ株式会社内

    【氏名】 押田 祐

【特許出願人】

    【識別番号】 000005223

    【氏名又は名称】 富士通株式会社

【特許出願人】

    【識別番号】 000237617

    【氏名又は名称】 富士通ヴェィエルエスアイ株式会社

【代理人】

    【識別番号】 100068755

    【住所又は居所】 岐阜市大宮町 2 丁目 1 2 番地の 1

    【弁理士】

【氏名又は名称】 恩田 博宣

【電話番号】 058-265-1810

【選任した代理人】

【識別番号】 100105957

【住所又は居所】 東京都渋谷区代々木二丁目10番4号 新宿辻ビル8  
階

【弁理士】

【氏名又は名称】 恩田 誠

【電話番号】 03-5365-3057

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 002956

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9909792

【包括委任状番号】 9909791

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 薬品製造方法及び薬品製造装置

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 ガスを純水又は混合液に溶解する工程と、  
前記ガスが溶解する際の排気の量を調整する工程、及び、前記ガスの溶解後の薬品を一定量排出する工程の少なくとも一方を備え、

前記調整工程及び前記排出工程の少なくとも一方を前記溶解工程と同時に実施することを特徴とする薬品製造方法。

【請求項 2】 ガスを製造タンクに貯えた純水又は混合液に溶解させて薬品を製造するガス溶解部と、

前記ガス溶解部からの排気の量を制御する排気制御部、及び、前記ガス溶解部から一定量の前記薬品を排水する排水制御部の少なくとも一方を備え、

前記排気制御及び排水制御の少なくとも一方と前記ガスの溶解を同時に実施することを特徴とする薬品製造装置。

【請求項 3】 前記ガス溶解部は、前記製造タンクに前記ガスをバブリングにより導入するガス供給部を備えたことを特徴とする請求項 2 に記載の薬品製造装置。

【請求項 4】 前記ガス供給部は、前記ガスを供給する配管に流量制御手段を備え、該流量制御手段を制御して製造する薬品の濃度に応じたガスを供給することを特徴とする請求項 3 に記載の薬品製造装置。

【請求項 5】 溶解中の前記薬品を冷却する冷却部を備えたことを特徴とする請求項 2 に記載の薬品製造装置。

【請求項 6】 供給される前記ガスを微細な泡にして噴出口から前記純水又は混合液中に噴出するバブラー部を備え、

前記ガスの泡を、鉛直方向から所定角度傾けて噴出させるように前記噴出口を形成するか、又は前記噴出口から鉛直方向に噴出された泡を所定角度方向に誘導する誘導板を設けたことを特徴とする請求項 2 に記載の薬品製造装置。

【請求項 7】 前記薬品の濃度を測定し、その測定結果に基づいて前記薬品を所望の濃度に調整することを特徴とする請求項 2 に記載の薬品製造装置。

【請求項 8】 前記濃度測定に、粘度測定器、比重測定器、超音波伝達速度測定器及び導電率測定器のうちの少なくとも一つと温度計を用い、それらの測定結果より演算した濃度に基づいて前記ガス等の供給量を制御する制御装置を備えたことを特徴とする請求項 7 に記載の薬品製造装置。

【請求項 9】 前記排気制御部は、前記排気の一部を前記薬品の製造タンクにバブリングにて導入することを特徴とする請求項 2 に記載の薬品製造装置。

【請求項 10】 前記排気制御部は、前記排気中のガス濃度を測定し、ガス濃度が所定値以上の場合に前記排気を前記薬品の製造タンクにバブリングにて導入することを特徴とする請求項 2 に記載の薬品製造装置。

【請求項 11】 ガスを液体に溶解させて薬品を製造するとともに、該溶解中の薬品を冷却するガス溶解部と、

前記ガス溶解部における未溶解ガスの排気量を制御する排気制御部と、  
を備えたことを特徴とする薬品製造装置。

【請求項 12】 電子デバイスの生産設備から排出された使用済のガスを前記ガス溶解部にて液体に溶解させるようにしたことを特徴とする請求項 2 又は 11 に記載の薬品製造装置。

【請求項 13】 電子デバイスの生産設備から排出された使用済の薬品からガスを回収するガス回収部を備え、該回収ガスを前記ガス溶解部にて液体に溶解させるようにしたことを特徴とする請求項 2 又は 11 に記載の薬品製造装置。

【請求項 14】 前記ガス回収部は、前記薬品を加熱すること、及び、前記薬品に不活性ガスをバブリングすることの少なくとも一方にてガスを回収することを特徴とする請求項 13 に記載の薬品製造装置。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は薬品製造装置に係り、詳しくは一般工業用のガスから半導体装置等の電子デバイスの製造に用いられる純度の高い薬品を製造し供給する薬品製造方法及び薬品製造装置に関するものである。

【0002】

近年、半導体装置やLCD等の電子デバイスは、高集積化が進められると共に低価格化が要求されている。そのため、電子デバイスの製造設備において、その製造に用いられるガスや薬品にかかるコストの低減が要求されている。

【0003】

【従来の技術】

従来、半導体装置やLCD等の電子デバイスの製造工程では、様々なガス及び薬液が多量に使用されている。特に薬品は、製造工程に合わせて、或いはプロセスのパラメータ変更や新規の製造プロセスが開発される度に新しい濃度及び調合比を変えたものが多種必要となっている。それらは、組成を指定して薬品メーカーから購入していた。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】

ところで、各種薬品は、それぞれの使用量に応じて通い容器に充填され納品されるか、又はローリーから製造設備に備えられたタンクに充填される。この際、薬品に不純物が混入する可能性があり、要求通りの品質の薬品を使用できないことがある。また、薬品は、保管している間に濃度が変化してしまう。これらにより、電子デバイスの製造時に製品不良となるものが多くなるおそれがあった。

【0005】

濃度が変化した薬品は、その濃度を調整して使用しなければならない。また、不純物が混入した薬品は、その不純物を除去しなければならない。このため、設備に係る費用が増大すると共に、調整や除去などの手間がかかる。そして、工場全体での薬品購入額は多大であり、電子デバイスのコスト上昇を招いていた。

【0006】

本発明は上記問題点を解決するためになされたものであって、その目的は一般工業用ガスを用いてコストの低減を図ることのできる薬品製造方法及び薬品製造装置を提供することにある。

【0007】

【課題を解決するための手段】

上記目的を達成するため、請求項1に記載の発明は、ガスを純水又は混合液に

溶解する工程と、ガスが溶解する際の排気の量を調整する工程、及び、ガスの溶解後の薬品を一定量排出する工程の少なくとも一方を備え、調整工程及び排出工程の少なくとも一方を溶解工程と同時に実施する。

【 0 0 0 8 】

また、請求項 2 に記載の発明は、ガスを製造タンクに貯えた純水又は混合液に溶解させて薬品を製造するガス溶解部と、ガス溶解部からの排気の量を制御する排気制御部、及び、ガス溶解部から一定量の薬品を排水する排水制御部の少なくとも一方を備え、排気制御及び排水制御の少なくとも一方とガスの溶解を同時に実施する。

【 0 0 0 9 】

排気及び排水には、ガスの不純物が含まれる。従って、一般工業用のガスの溶解と薬品の精製が同時に行われるため、薬品の購入費用が大幅に低減できると共に、短時間で安定した薬品を製造し電子デバイスの生産設備に供給することができ。

【 0 0 1 0 】

請求項 3 に記載の発明のように、ガス溶解部は、製造タンクにガスをバブリングにより導入するガス供給部を備えた。

請求項 4 に記載の発明によれば、ガス供給部は、ガスを供給する配管に流量制御手段を備え、該流量制御手段を制御して製造する薬品の濃度に応じたガスを供給する。

【 0 0 1 1 】

請求項 5 に記載の発明によれば、溶解中の薬品を冷却する冷却部を備えた。従って、薬品をガスの溶解に適した温度に冷却することができるため、ガスの溶解効率が向上する。

【 0 0 1 2 】

請求項 6 に記載の発明によれば、供給されるガスを微細な泡にして噴出口から純水又は混合液中に噴出するバブラー部を備え、ガスの泡を、鉛直方向から所定角度傾けて噴出させるように噴出口を形成するか、又は噴出口から鉛直方向に噴出された泡を所定角度方向に誘導する誘導板を設けた。噴出されたガスの泡はタ



ンク内で渦を形成するため、これにより薬液がかき混ぜられてガスの溶解量が多くなる。

【0013】

請求項7に記載の発明によれば、薬品の濃度を測定し、その測定結果に基づいて薬品を所望の濃度に調整する。従って、安定した濃度の薬品が供給できる。

請求項8に記載の発明によれば、濃度測定に、粘度測定器、比重測定器、超音波伝達速度測定器及び導電率測定器のうちの少なくとも一つと温度計を用い、それらの測定結果より演算した濃度に基づいてガス等の供給量を制御する制御装置を備えた。これにより、純水にガスを溶解させた薬品、混合液にガスを溶解させた薬品の濃度を精度良く測定することができる。

【0014】

請求項9に記載の発明によれば、排気制御部は、排気の一部を薬品の製造タンクにバブリングにて導入する。これにより、溶解されずに排気されるガスを再び液体中に導入することで、ガスの溶解量が増大する。

【0015】

請求項10に記載の発明によれば、排気制御部は、排気中のガス濃度を測定し、ガス濃度が所定値以上の場合に排気を薬品の製造タンクにバブリングにて導入する。これにより、溶解されずに排気されるガスを再び液体中に導入することで、ガスの溶解量が増大する。

【0016】

請求項11に記載の発明によれば、ガスを液体に溶解させて薬品を製造するとともに、該溶解中の薬品を冷却するガス溶解部と、ガス溶解部における未溶解ガスの排気量を制御する排気制御部とを備えた。このように、ガスの溶解と薬品の精製及び冷却を同時に行うことで、効率よくガスを溶解させることができると共に、ガスの購入費用を低減することができる。

【0017】

請求項12に記載の発明によれば、電子デバイスの生産設備から排出された使用済のガスをガス溶解部にて液体に溶解させるようにした。これにより、ガスのクローズドシステムを構成し、ガスの購入費用を低減することができる。

【0018】

請求項 13 に記載の発明によれば、電子デバイスの生産設備から排出された使用済の薬品からガスを回収するガス回収部を備え、該回収ガスをガス溶解部にて液体に溶解させるようにした。これにより、ガスのクローズドシステムを構成し、ガスの購入費用を低減することができる。

【0019】

請求項 14 に記載の発明によれば、ガス回収部は、薬品を加熱すること、及び、薬品に不活性ガスをバブリングすることの少なくとも一方にてガスを回収する。これにより、効率よくガスを回収することができる。

【0020】

【発明の実施の形態】

(第一実施形態)

以下、本発明を具体化した第一実施形態を図 1 ～図 5 に従って説明する。

【0021】

図 1 は、クローズドシステムの概略図である。このクローズドシステムは、薬品製造装置 1 を備え、その薬品製造装置 1 は、ガス貯蔵部 2 に蓄えられた一般工業用ガスの溶解と精製を同時に行って製造した高純度な精製薬品を生産設備 3 に供給する。薬品製造装置 1 は、一般工業用ガスを洗浄した精製ガスを生産設備 3 に供給する。また、薬品製造装置 1 は、生産設備 3 からの使用済ガス及び使用済薬品から回収したガスにて製造した薬品を生産設備 3 に供給する。

【0022】

薬品製造装置 1 は、ガス溶解精製装置 11、ガス洗浄部 12、ガス回収部 13 を備えている。

ガス溶解精製装置 11 は、工業用ガスの溶解と精製を同時に行って生産設備 3 の要求に応じた組成の高純度な精製薬品を製造し、その精製薬品を生産設備 3 に供給する。これにより、精製薬品のコストを低減すると共に、安定した品質の薬品を供給する。これは、一般工業用ガスの購入費用は半導体用ガスのそれに比べて 1/10 以下だからである。また、生産設備 3 の要求に応じた薬品の製造を行うので、製造した薬品を長期間保管する必要が無いため、不純物の混入と薬品の

成分変化が極めて少ない。更に、溶解と精製を同時に行うため、短時間で薬品の製造が行える。

【 0 0 2 3 】

また、ガス溶解精製装置 1 1 は、生産設備 3 からの要求に応じて工業用ガスをそのままガス洗浄部 1 2 に供給し、ガス洗浄部 1 2 は、工業用ガスを洗浄して不純物を取り除いて精製ガスを製造し、その精製ガスを生産設備 3 に供給する。

【 0 0 2 4 】

ガス回収部 1 3 は、生産設備 3 からの使用済薬品からガスを回収し、その回収ガスをガス溶解精製装置 1 1 に供給する。ガス溶解精製装置 1 1 は、使用済ガス及び回収ガスを使用して製造した精製薬品を生産設備 3 に供給する。これにより、新規な工業用ガスの使用量を減らし、薬品の製造コスト低減を図ることができる。

【 0 0 2 5 】

次に、ガス溶解精製装置 1 1 の構成を説明する。

図 2 は、本実施形態のガス溶解精製装置 1 1 の概略図である。

ガス溶解精製装置 1 1 は、薬品製造タンク 2 1 と、ガス溶解部 2 2，排気制御部 2 3，排水制御部 2 4，冷却部 2 5，ガス及び薬品供給部 2 6 を備える。

【 0 0 2 6 】

ガス溶解部 2 2 は、薬品製造タンク 2 1 に図 1 の生産設備 3 からの要求に基づく組成の薬品を製造する。ガス溶解部 2 2 は、薬品製造タンク 2 1 に純水、又は純水と原料タンク 2 7 から供給した薬液（例えば 5 0 重量%（w t %）のフッ酸）の混合液にガスポンベ 2 8 から供給したガスを溶解させて所定濃度の薬品を製造する。

【 0 0 2 7 】

尚、原料タンク 2 7 は、製造する薬液に応じて備えられる。例えば、フッ化アンモニウムとフッ酸の混合液を製造する場合には原料タンク 2 7 が必要となるが、アンモニア水のみを製造する場合には原料タンク 2 7 を必要としない。更に、ガスポンベ 2 8 のガスと異なるガスを溶解した薬品を生成するためにガスポンベを設けても良い。

【 0 0 2 8 】

排気制御部 2 3 は、薬品製造タンク 2 1 における未溶解のガスを排気する。この排気ガスには不純物が含まれる。これにより、不純物を除去して高純度な薬品を生成する。

【 0 0 2 9 】

排水制御部 2 4 は、薬品製造タンク 2 1 から一定量の薬品を排水する。この廃水には、上記の排気制御部 2 3 により排気として除去できない不純物（例えば金属等の不揮発成分）が含まれる。これにより、不純物を除去して高純度な薬品を生成する。

【 0 0 3 0 】

排気制御部 2 3 と排水制御部 2 4 のうちの少なくとも一方は、上記のガス溶解部 2 2 により薬品製造タンク 2 1 内の液体にガスを溶解させる時に同時にそれぞれの処理を実行する。これにより、ガス溶解精製装置 1 1 は、ガスの溶解と同時に薬品の精製を行い、短時間で高純度な薬品を製造する。

【 0 0 3 1 】

冷却部 2 5 は、薬品製造タンク 2 1 内の液体を、ガスの溶解度が最適となるような例えば 2 0 ℃ 以下に冷却する。ガスの溶解時に発生する熱（中和熱）は、タンク 2 1 内の液体の温度上昇を招く。一般に、ガスの溶解率は、溶媒の温度が低いほど高くなる。このため、溶媒（薬品）の温度上昇を抑えることでガスの溶解効率が上昇し、ガスの溶解を容易にするためである。

【 0 0 3 2 】

ガス及び薬品供給部 2 6 は、図 1 の生産設備 3 の要求に応答して供給される工業用ガス及び生成した薬品を生産設備 3 に供給する。

次に、各部 2 2 ～ 2 6 の構成を説明する。

【 0 0 3 3 】

ガス溶解部 2 2 は、制御装置 3 1、制御バルブ 3 2 ～ 3 5、マスフローコントローラ 3 6 ～ 3 8、バブラー部 3 9、温度計 4 0、超音波伝達速度測定器 4 1、導電率測定器 4 2 を含む。

【 0 0 3 4 】

制御バルブ 3 2 とマスフローコントローラ 3 6 はガスボンベ 2 8 からガスを供給する配管 L 1 に設けられている。制御装置 3 1 はバルブ 3 2 の開閉及びマスフローコントローラ 3 6 の流量を制御し、ガスの供給／停止及びその供給量を制御する。

【 0 0 3 5 】

制御バルブ 3 3 とマスフローコントローラ 3 7 は原料タンク 2 7 から薬品製造タンク 2 1 へ薬液を供給する配管 L 2 に設けられている。制御装置 3 1 はバルブ 3 3 の開閉及びマスフローコントローラ 3 7 の流量を制御し、ガス又は薬品の供給／停止及びその供給量を制御する。

【 0 0 3 6 】

制御バルブ 3 4 とマスフローコントローラ 3 8 は純水を薬品製造タンク 2 1 へ供給する配管 L 3 に設けられている。制御装置 3 1 はバルブ 3 4 の開閉及びマスフローコントローラ 3 8 の流量を制御し、純水の供給／停止及びその供給量を制御する。

【 0 0 3 7 】

制御バルブ 3 5 は配管 L 1 からガスを薬品製造タンク 2 1 内に引き込み配管 L 4 に設けられている。制御装置 3 1 は、バルブ 3 5 を開閉制御してガスを薬品製造タンク 2 1 内に供給する。

【 0 0 3 8 】

バブラー部 3 9 は、薬品製造タンク 2 1 の底部に備えられ、配管 L 4 が接続される。バブラー部 3 9 には、複数の噴出口 3 9 a が形成され、配管 L 4 を介して供給されるガスが複数の噴出口 3 9 a から微細な泡として液体中に噴出される。このように、バブラー部 3 9 は、ガスの泡を微細化することで、ガスの溶解効率を高めている。

【 0 0 3 9 】

図 3 は、バブラー部 3 9 の説明図である。

図 3 ( a ) に示すように、バブラー部 3 9 は、略四角形板状に形成され、その上面にはガスを微細な泡にして純水中に噴出させるための噴出口 3 9 a が複数形成されている。ガスの泡を微細化することで、ガスが純水に容易に溶解する。

## 【 0 0 4 0 】

図 3 ( b ) に示すように、各噴出口 3 9 a は、ガスの泡が鉛直方向から所定角度（例えば 3 0 度）傾いて噴出するように形成されている。このように、所定角度方向に噴出した泡は、薬品製造タンク 2 1 内で渦を巻き、薬品製造タンク 2 1 内の液体を攪拌する。これにより、ガスの高い溶解効率を得られる。

## 【 0 0 4 1 】

温度計 4 0、超音波伝達速度測定器 4 1、導電率測定器 4 2 は、薬品製造タンク 2 1 にて生成される薬液の濃度を測定する手段として備えられ、それらは制御装置 3 1 に接続されている。制御装置 3 1 は、温度計 4 0、伝達速度測定器 4 1 及び導電率測定器 4 2 から受け取る信号に基づいて、その時々薬品の濃度を算出する。そして、制御装置 3 1 は、算出した濃度に基づいて、薬品が所望の濃度となるようにガス、薬液及び純水の供給量をバルブ 3 2 ～ 3 4 及びマスフローコントローラ 3 6 ～ 3 8 にて制御する。

## 【 0 0 4 2 】

尚、薬品の濃度は、温度計 4 0 による液体の温度の変化量から概算することもできる。ガスを溶解する際に反応熱（中和熱）が発生し、これにより薬品製造タンク 2 1 内の薬品の温度が変化する。ガスの溶解量と薬品温度の変化量はほぼ比例する。尚、冷却部 2 5 は、その比例計数を変化させる。従って、薬品の温度変化を測定することで、薬品の濃度を得られる。

## 【 0 0 4 3 】

また、ガスの使用量から薬品の濃度を概算することもできる。即ち、制御装置 3 1 は、ガスポンベ 2 8 のロードセル 2 8 a に接続され、そのロードセル 2 8 a から受け取る信号によりガスポンベ 2 8 内のガスの残量を測定し、その残量から原料として使用したガスの量を算出する。薬品の濃度はガスの使用量にほぼ比例する。これにより、制御装置 3 1 は、薬品製造タンク 2 1 にて生成している薬品の濃度を得ることができる。

## 【 0 0 4 4 】

排気制御部 2 3 は、制御装置 3 1、濃度計 4 3 及び制御バルブ 4 4、4 5 を含む。バルブ 4 4 は薬品製造タンク 2 1 から未溶解のガスを排気する配管 L 5 に設

けられ、濃度計 4 3 は、その配管 L 5 による排気中のガス濃度を測定する。制御バルブ 4 5 は、濃度計 4 3 と制御バルブ 4 4 の間に分岐接続された配管 L 6 に設けられ、その先端は薬品製造タンク 2 1 の薬品中に挿入されている。

【 0 0 4 5 】

制御装置 3 1 は、濃度計 4 3 にて測定した排気中のガス濃度に基づいて制御バルブ 4 4、4 5 を開閉制御する。詳述すると、制御装置 3 1 は、ガス濃度が所定値より低い場合にはバルブ 4 4 を開き、バルブ 4 5 を閉じる。これにより、不純物を含むガスが配管 L 5 を介して排気される。一方、制御装置 3 1 は、ガス濃度が所定値以上の場合にはバルブ 4 4 を閉じ或いは開度を制御し、バルブ 4 5 を開く。これにより、ガスの濃度が高い排気を液体中にバブリングして溶解させ、ガスが無駄に排気されることを防ぐ。

【 0 0 4 6 】

排水制御部 2 4 は、制御装置 3 1 とバルブ 4 6 を含む。バルブ 4 6 は薬品製造タンク 2 1 の底部に接続された廃液排出用の配管 L 7 に設けられている。制御装置 3 1 は、ガスの溶解中にバルブ 4 6 を開閉制御し、不純物を含む一定量の薬品を排出する。

【 0 0 4 7 】

冷却部 2 5 は、制御装置 3 1、冷却器 4 7 及びポンプ 4 8 を含む。冷却器 4 7 及びポンプ 4 8 は、薬品製造タンク 2 1 の底部に一端が接続され、他端がタンク 2 1 の上部からその中に挿入された配管 L 8 に設けられている。

【 0 0 4 8 】

制御装置 3 1 は、ポンプ 4 8 を駆動してタンク 2 1 の液体を配管 L 8 を介して循環させ、その循環する液体を冷却器 4 7 にて冷却し、タンク 2 1 内の液体をガスの溶解度が最適となるような例えば 2 0℃以下に冷却する。

【 0 0 4 9 】

ガス及び薬品供給部 2 6 は、制御装置 3 1、制御バルブ 4 9、5 0 及びポンプ 5 1 を含む。バルブ 5 0 及びポンプ 5 1 は、薬品製造タンク 2 1 の底部に接続された配管 L 9 に設けられている。制御装置 3 1 は、バルブ 4 9 を開閉制御してガスボンベ 2 8 からのガスを図 1 のガス洗浄部 1 2 を介して生産設備 3 へ供給する

。また、制御装置 3 1 は、薬品製造タンク 2 1 にて製造した薬品を、バルブ 5 0 を開制御しポンプ 5 1 を駆動して図 1 の生産設備 3 へ供給する。

【 0 0 5 0 】

上記のように構成されたガス溶解精製装置 1 1 にてアンモニア水を製造し生産設備 3 へ供給する場合を説明する。アンモニアガスは、液化した状態でガスボンベ 2 8 に貯蔵されている。

【 0 0 5 1 】

先ず、制御装置 3 1 は、バルブ 3 4 及びマスフローコントローラ 3 8 を制御して所定量の純水を薬品製造タンク 2 1 に蓄える。次に、制御装置 3 1 は、バルブ 3 2, 3 5 及びマスフローコントローラ 3 6 を制御して薬品製造タンク 2 1 内に所定量のアンモニアガスをバブリングする。

【 0 0 5 2 】

このとき、薬品製造タンク 2 1 内の純水中にアンモニアガスが溶解する際に発生する水和熱により溶液温度が上昇するため、制御装置 3 1 は、ポンプ 4 8 で循環すると共に冷却器 4 7 で溶媒を冷却する。

【 0 0 5 3 】

例えば、半導体製造プロセスで使用するアンモニア水の濃度である 0 ~ 2 9 w t % の任意の濃度にするために、制御装置 3 1 は、温度計 4 0 と超音波の伝達速度測定器 4 1 と導電率測定器 4 2 によりそれぞれのパラメータを測定し、アンモニア水の濃度を演算する。

【 0 0 5 4 】

そして、制御装置 3 1 は、バルブ 3 2, 3 4, 3 5 及びマスフローコントローラ 3 6, 3 8 を制御してアンモニアガス及び純水を薬品製造タンク 2 1 に供給し、アンモニア水の濃度を調整する。その調整により目的の濃度になると、制御装置 3 1 は、制御バルブ 3 5 の開閉によりアンモニアガスのバブリングを終了する。

【 0 0 5 5 】

その後、制御装置 3 1 は、図 1 の生産設備 3 からの要求に応答し、バルブ 5 0 及びポンプ 5 1 を制御して薬品製造タンク 2 1 にて製造したアンモニア水を生産



設備 3 に供給する。

【 0 0 5 6 】

次に、上記と同様に、ガス溶解精製装置 1 1 にてフッ化アンモニウムとフッ酸の混合液を製造し供給する場合を説明する。原料タンク 2 7 には、5 0 重量% ( w t % ) のフッ酸が蓄えられている。

【 0 0 5 7 】

先ず、制御装置 3 1 は、バルブ 3 3 , 3 4 及びマスフローコントローラ 3 7 , 3 8 を制御して所定量のフッ酸及び純水を薬品製造タンク 2 1 に蓄える。次に、制御装置 3 1 は、バルブ 3 2 , 3 5 及びマスフローコントローラ 3 6 を制御して薬品製造タンク 2 1 内にアンモニアガスをバブリングする。

【 0 0 5 8 】

この時、薬品製造タンク 2 1 内のフッ化アンモニウムとフッ酸の混合液中にアンモニアガスが溶解する際に中和熱により混合液の温度が上昇するため、制御装置 3 1 は、ポンプ 4 8 で混合液を循環すると共に冷却器 4 7 で混合液を冷却する。

【 0 0 5 9 】

例えば、半導体で使用するフッ化アンモニウム濃度である 0 ~ 4 0 w t % 及びフッ酸 0 ~ 5 w t % の任意の濃度にするために、制御装置 3 1 は、温度計 4 0 と超音波の伝達速度測定器 4 1 と導電率測定器 4 2 によりそれぞれのパラメータを測定し、フッ化アンモニウムとフッ酸の混合液の濃度を演算する。

【 0 0 6 0 】

そして、制御装置 3 1 は、演算結果に基づいて、バルブ 3 2 ~ 3 5 及びマスフローコントローラ 3 6 ~ 3 8 を制御してフッ化アンモニウムとフッ酸の混合液の濃度を調整する。その調整により目的の濃度になると、制御装置 3 1 は、制御バルブ 3 5 の開閉によりアンモニアガスのバブリングを終了する。

【 0 0 6 1 】

その後、制御装置 3 1 は、図 1 の生産設備 3 からの要求に応答し、バルブ 5 0 及びポンプ 5 1 を制御して薬品製造タンク 2 1 にて製造した所定濃度のフッ化アンモニウムとフッ酸の混合液を生産設備 3 に供給する。

【 0 0 6 2 】

次に、図 1 のガス洗浄部 1 2 の構成を、図 4 に従って説明する。

ガス洗浄部 1 2 は、ガス洗浄タンク 6 1 を備え、その上端にはタンク 6 1 内に純水を噴射するためのスプレーヘッド 6 2 が設けられ、下端は不純物を含む純水を排水するための配管 L 1 1 が接続されている。また、タンク 6 1 の側壁下部にはガスボンベ 2 8 から工業用ガスを供給するための配管 L 1 2 が接続され、側壁上部には精製したガスを生産設備 3 に供給するための配管 L 1 3 が接続されている。

【 0 0 6 3 】

ガス洗浄部 1 2 において、タンク 6 1 内に供給された工業用ガスに純水を噴射することにより、そのガスに含まれていた金属及び微粒子が純水に溶解し、純水と共に配管 L 1 1 から廃水として除去される。

【 0 0 6 4 】

このガス洗浄部 1 2（洗浄工程）により、不純物を多く含む一般工業で使用されるガスから、電子デバイスの製造に用いることができる高純度なガスが精製され配管 L 1 3 を介して図 1 の生産設備 3 に供給される。

【 0 0 6 5 】

次に、図 1 のガス回収部 1 3 の構成を、図 5 に従って説明する。

ガス回収部 1 3 は、ガス取出し用タンク 6 3 及びヒータ 6 4 を備え、タンク 6 3 には生産設備 3 から廃水として使用後のアンモニア水が配管 L 1 4 を介して供給される。タンク 6 3 に溜められたアンモニア水はヒータ 6 4 による加熱、及び配管 L 1 5 を介して供給される不活性ガスとしての窒素ガスのバブリングのうちの少なくとも一方によりアンモニアガスと液体（不純物を含む水）に分解される。このようにして取り出されたアンモニアガスは、配管 L 1 6 を介してガス溶解精製装置 1 1 の薬品製造タンク 2 1 に供給される。

【 0 0 6 6 】

薬品製造タンク 2 1 には、生産設備 3 から使用済のアンモニアガスが配管 L 1 7 を介して供給される。両配管 L 1 6，L 1 7 にはそれぞれ制御バルブ 6 5，6 6 が設けられ、それらバルブ 6 5，6 6 を適宜開閉することで、使用済みのアン

モニアガス又は回収したアンモニアガスが薬品製造タンク 2 1 に蓄えられた液体（純水、フッ酸等）にバブリングされる。

【0 0 6 7】

このようにして、生産設備 3 から排出される使用済ガス及び使用済薬品から回収したガスを再利用することで、新規ガスの使用量を少なくし、ガスの購入費用を低減することができる。

【0 0 6 8】

以上記述したように、本実施の形態によれば、以下の効果を奏する。

（1）一般工業にて使用されるガスを薬品製造タンク 2 1 に貯えた純水又は混合液に溶解させて薬品を製造するとともに、排気の量を制御する排気制御部 2 3、及び、ガス溶解部から一定量の薬品を排水する排水制御部 2 4 の少なくとも一方を同時に実施するようにした。排気及び排水には、ガスの不純物が含まれる。従って、一般工業用のガスの溶解と薬品の精製が同時に行われるため、薬品の購入費用が大幅に低減できると共に、短時間で安定した薬品を製造し電子デバイスの生産設備に供給することができる。

【0 0 6 9】

（2）冷却部 2 5 にてガス溶解中の薬品をガスの溶解に適した温度に冷却するため、ガスの溶解効率を向上させることができる。

（3）バブラー部 3 9 の噴出口 3 9 a をガスの泡が鉛直方向から所定角度傾いた方向に噴出させるように形成した。噴出されたガスの泡はタンク 2 1 内で渦を形成するため、これにより薬液がかき混ぜられてガスの溶解効率を向上させることができる。

【0 0 7 0】

（4）温度計 4 0、超音波伝達速度測定器 4 1、導電率測定器 4 2 にて測定した各パラメータから薬品の濃度を演算するようにした。これにより、純水にガスを溶解させた 1 成分系の薬品、混合液にガスを溶解させた 2 成分系の薬品の濃度を精度良く測定することができる。

【0 0 7 1】

（5）排気制御部 2 3 は、排気の一部を薬品製造タンク 2 1 にバブリングにて

導入する。これにより、溶解されずに排気されるガスを再び液体中に導入することで、ガスの溶解量が増大する。

【0072】

(6) 電子デバイスの生産設備 3 から排出された使用済のガスを液体に溶解させるようにした。これにより、ガスのクローズドシステムが構成され、ガスの購入費用を低減することができる。

【0073】

(7) 電子デバイスの生産設備 4 から排出された使用済の薬品からガス回収部 13 にてガスを回収し、その回収ガスを液体に溶解させるようにした。これにより、ガスのクローズドシステムを構成し、ガスの購入費用を低減することができる。

【0074】

(第二実施形態)

以下、本発明を具体化した第二実施形態を図 12 に従って説明する。

尚、説明の便宜上、第一実施形態と同様の構成については同一の符号を付してその説明を一部省略する。

【0075】

図 12 は、本実施形態のガス溶解精製装置 81 の概略図である。このガス溶解精製装置 81 は、第一実施形態の装置 11 に換えて用いられ、クローズドシステムの薬品製造装置を構成する。

【0076】

ガス溶解精製装置 81 は、冷却装置 82、ガス溶解部 83、排気制御部 84、脱泡装置 85、濃度測定装置 86、調合タンク 87、循環制御部 88、排水制御部 89、薬品供給部 90 を備える。

【0077】

冷却装置 82 は、第一実施形態に於ける薬品製造タンク 21 と冷却部 25 の機能を持つ。即ち、本実施形態では、冷却装置 82 内でガスを純水に溶解すると共に、その薬品をガスの溶解度が最適となるような例えば 20℃以下に冷却する。

【0078】

ガス溶解部 8 3 は、ガスシリンダ 9 1, 9 2 内のガスを必要に応じて冷却装置 8 2 に供給する。ガス溶解部 8 3 は、制御装置 9 3、制御バルブ 9 4 ~ 9 6、マスフローコントローラ 9 7 ~ 9 9 を含む。制御装置 9 3 は、制御バルブ 9 4 ~ 9 6、マスフローコントローラ 9 7 ~ 9 9 及び各部 8 3 ~ 9 0 の制御及び動作タイミングを調整する。

#### 【0079】

制御バルブ 9 4, 9 5 及びマスフローコントローラ 9 7, 9 8 は、ガスシリンダ 9 1, 9 2 から冷却装置 8 2 へガスをそれぞれ供給する配管 L 2 1, L 2 2 に設けられ、制御バルブ 9 6 及びマスフローコントローラ 9 9 は純水を冷却装置 8 2 へ供給する配管 L 2 3 に設けられている。制御装置 9 3 は、バルブ 9 6 及びマスフローコントローラ 9 9 を制御して所定量の純水を冷却装置 8 2 に供給した後、バルブ 9 4, 9 5 及びマスフローコントローラ 9 7, 9 8 を制御してガスシリンダ 9 1, 9 2 から所定量のガスを冷却装置 8 2 内の純水にバブリングする。これにより、純水に 2 成分のガスを溶解させた薬品を短時間で生成する。尚、ガスは、1 つのガスを純水に溶解してその濃度を調整した後、別のガスを調整後の薬品に溶解させるように制御してもよい。

#### 【0080】

冷却装置 8 2 には、図示しないが第一実施形態と同様に温度計、超音波伝達速度測定器、導電率測定器が設けられ、制御装置 9 3 は、それらの測定結果に基づいて冷却装置 8 2 中の薬品の濃度を演算し、その演算結果に基づいてガス及び純水を供給して薬品の濃度を調整する。尚、制御装置 9 3 は、ガスシリンダ 9 1, 9 2 にそれぞれ設けられたロードセル 9 1 a, 9 2 a によりガスの残量を測定し、それに基づいて冷却装置 8 2 内の薬品の濃度を求めるようにしても良い。また、これらの方法を併用してもよい。

#### 【0081】

冷却装置 8 2 にて未溶解のガスは、排気制御部 8 4 へ送られる。排気制御部 8 4 は、制御装置 9 3、バルブ 1 0 0, 1 0 1、濃度計 1 0 2 を含む。バルブ 1 0 1 は、冷却装置 8 2 から未溶解のガスを排気する配管 L 2 4 に設けられ、濃度計 1 0 2 はその配管 L 2 4 による排気中のガス濃度を測定する。バルブ 1 0 0 は、

濃度計 1 0 2 とバルブ 1 0 1 の間に分岐接続された配管 L 2 5 に設けられ、その先端は冷却装置 8 2 の薬品中に挿入されている。

【 0 0 8 2 】

制御装置 9 3 は、濃度計 1 0 2 にて測定した排気中のガス濃度に基づいてバルブ 1 0 0, 1 0 1 を開閉制御する。詳述すると、制御装置 9 3 は、ガス濃度が所定値より低い場合にはバルブ 1 0 0 を閉じ、バルブ 1 0 1 を開く。これにより、不純物を含むガスが配管 L 2 4 を介して排気される。

【 0 0 8 3 】

一方、制御装置 9 3 は、ガス濃度が所定値以上の場合にバルブ 1 0 1 を閉じ、バルブ 1 0 0 を開く。これにより、排気中にガスが所定濃度以上含まれる場合にその排気を冷却装置 8 2 内の液体にバブリングして溶解させ、ガスが無駄に排気されるのを防ぐ。

【 0 0 8 4 】

冷却装置 8 2 の二次側には、配管 L 2 6 を介して脱泡装置 8 5 が接続され、その脱泡装置 8 5 は、冷却装置 8 2 から送られる薬品中に含まれる未溶解のガスを除去し、その除去したガスは配管 L 2 7 を介して排気制御部 8 4 へ送られる。従って、この脱泡装置 8 5 により未溶解のガスが更に除去され、その除去されたガスは濃度によって冷却装置 8 2 に戻される。

【 0 0 8 5 】

脱泡装置 8 5 にて未溶解のガスが除去された薬品は、配管 L 2 8 を介して濃度測定装置 8 6 に送られ、その濃度測定装置 8 6 にて薬品の濃度が測定された後、配管 L 2 9 を介して調合タンク 8 7 に送られ、そのタンク 8 7 に貯えられる。

【 0 0 8 6 】

循環制御部 8 8 は、制御装置 9 3、制御バルブ 1 0 3、循環ポンプ 1 0 4 を含む。バルブ 1 0 3 及びポンプ 1 0 4 は、調合タンク 8 7 の底部と冷却装置 8 2 の一時側を接続する配管 L 3 0 に設けられている。制御装置 9 3 は、濃度測定装置 8 6 の測定結果に基づいて、タンク 8 7 内の薬品が所望の濃度ではない場合、その薬品をポンプ 1 0 4 により冷却装置 8 2 に送り、ガス又は純水を供給して薬品の濃度を調整する。

【0087】

排水制御部 8 9 は、制御装置 9 3 と排水バルブ 1 0 5 を含み、制御装置 9 3 は、バルブ 1 0 5 を開閉制御して調合タンク 8 7 に貯えられた薬品を一定量排水する。これにより、排気として除去できない不純物を除去して高純度な薬品を生成する。

【0088】

薬品供給部 9 0 は、制御装置 9 3、制御バルブ 1 0 6、製品用ポンプ 1 0 7 を含み、バルブ 1 0 6 及びポンプ 1 0 7 は調合タンク 8 7 と図 1 の生産設備 3 を結ぶ配管 L 3 1 に設けられている。制御装置 9 3 は、濃度調整後の薬品を、バルブ 1 0 6 及びポンプ 1 0 7 を制御して生産設備 3 へ供給する。

【0089】

以上記述したように、本実施の形態によれば、第一実施形態の効果に加えて、以下の効果を奏する。

(1) 冷却装置 8 2 にてガスを溶解させ薬品を冷却するとともに、その冷却装置 8 2 における未溶解のガスを排気するようにした。その結果、ガスの溶解と薬品の精製及び冷却を同時に行うことで、効率よくガスを溶解させることができるのと共に、ガスの購入費用を低減することができる。

【0090】

尚、前記実施形態は、以下の態様に変更してもよい。

○上記第一実施形態では、バブラー部 3 9 を略四角形板状に形成したが、例えば、図 6 (a) に示す櫛形状のバブラー部 7 1 a、図 6 (b) に示す円形状のバブラー部 7 1 b、図 6 (c) に示す渦巻き状のバブラー部 7 1 c 等のように、薬品製造タンク 2 1 の構造 (形状、内寸法、深さ) に合わせて形状を適宜変更しても良い。

【0091】

○上記第一実施形態において、バブラー部 3 9 の各噴出口 3 9 a を傾ける方向は、薬品製造タンク 2 1 内の薬液中にガスの泡の渦を形成できれば適宜変更しても良い。例えば、図 7 (a) に示すように各噴出口 3 9 a を 4 方向に傾けたバブラー部 7 2 a、又は図 7 (b) に示すように各噴出口 3 9 a を 2 方向に傾けたバ

ブラー部 7 2 b 等適宜形状を変更する。尚、図の矢印は、泡の噴射方向を示す。

【 0 0 9 2 】

○上記第一実施形態では、バブラー部 3 9 の各噴出口 3 9 a を鉛直方向から所定角度傾けて形成してガスの泡を斜め方向に噴射させたが、図 8 に示すように、各噴出口 3 9 a を鉛直方向泡が噴出するように形成したバブラー部 7 3 を備え、その上部にガスの泡を斜め方向に誘導するための誘導板 7 4 を設けて実施しても良い。このような構成によれば、誘導板 7 4 の傾きを適宜変更することで、様々な形状の薬品製造タンク 2 1 に容易に対応することができる。また、バブラー部 7 3 を所定角度傾けて設置するようにしてもよい。

【 0 0 9 3 】

○上記実施形態では、薬品製造タンク 2 1 の薬品温度をガスの溶解効率が最適な温度付近に保つために冷却器 4 7 を用いたが、その他の構成により薬品の温度を最適な温度付近に保つようにしてもよい。

【 0 0 9 4 】

例えば、図 9 に示すバブラー部 7 5 を用いて実施しても良い。このバブラー部 7 5 には冷却水が循環供給され、熱交換器としての機能を有する。アンモニアガスがバブラー部 7 5 に供給されて泡が微細化されると、バブラー部 7 5 と純水の界面でアンモニアガスの溶解が始まり、このとき発生する水和熱によりバブラー部 7 5 付近の液体温度が上昇する。従って、バブラー部 7 5 に冷却機構を備えることで、熱の発生要因付近で液体を冷却することができる。このように、液体中のガスの溶解は、液体の温度が低ければガスの溶解度は増大するため、本発明の熱交換器を兼ね備えたバブラー部 7 5 によりガスの溶解量を増大し、溶解せずに排気されてしまうアンモニアガスの量を低減することができる。

【 0 0 9 5 】

また、図 1 0 に示すように、ガスポンベ 2 8 と薬品製造タンク 2 1 を接続する熱交換用の配管 7 6 を用いて実施しても良い。液体アンモニアガスを気化させる際に、ガスポンベ 2 8 では吸熱反応になる。また、アンモニアガスを純水中に溶解させる場合及びアンモニアガスを 5 0 w t % フッ酸中に溶解させる場合は発熱反応になる。そのため、熱交換用の配管 7 6 にてそれぞれを熱交換することによ



り、有効に熱エネルギーを利用することができる。

【 0 0 9 6 】

○上記第一実施形態では、純水又はフッ酸中にガスをバブリングにて溶解して薬品を製造したが、その他の方法を用いて薬品を製造するようにしてもよい。例えば、図 1 1 に示すように、ガスボンベ 2 8 中のアンモニアガスと氷粒発生器 7 7 で発生した氷粒 7 8 を薬品製造タンク 2 1 内で互いに接触させる。アンモニアガスがアンモニア水になる際に発生する水和熱を氷粒 7 8 の溶解熱で冷却し、前記水和熱により形成された氷粒 7 8 表面の水膜中にアンモニアガスが溶解するという相乗効果により、効率よくアンモニアガスを溶解させることができる。

【 0 0 9 7 】

○上記各実施形態において、ガスの供給量を調整する手段としてマスフローコントローラ 3 6, 9 7, 9 8 を備えたが、減圧弁、手動弁、自動弁、マスフローコントローラのうちの少なくとも一つを備え、それによりガスの供給量を調整する用にしても良い。

【 0 0 9 8 】

○上記各実施形態において、溶解したガスの量（薬品の濃度）の測定に、重量計、中和滴定、近赤外線吸収波長測定等の方法、装置を用いて実施しても良い。

【 0 0 9 9 】

○上記各実施形態において、一般工業用のガスとしてアンモニアガスを用いたが、アンモニアガス、フッ化水素ガス、硫化水素ガス、塩化水素ガスの少なくとも一つを使用して薬品を製造及び供給する薬品製造装置に具体化しても良い。

【 0 1 0 0 】

また、上記各実施形態ではアンモニア水及びアンモニア水とフッ酸の混合液を製造したが、使用するガスをアンモニアとし、アンモニア水、アンモニア水と過酸化水素の混合液、フッ化アンモニウムとフッ酸の混合液の少なくとも一つの薬品を製造及び供給する薬品製造装置に具体化しても良い。

【 0 1 0 1 】

○上記各実施形態において、図 1 ではガス洗浄部 1 2 にて生産設備 3 に供給す

るガスを精製する構成としたが、ガス溶解精製装置 1 1 に供給する工業用ガスを精製する、即ち、ガス洗浄部をガス溶解精製装置 1 1, 8 1 に工業用ガスを供給する配管 L 1, L 2 1, L 2 2 に設けた構成としても良い。このように構成すれば、精製したガスを純水等の溶媒に溶解させることで、更に清浄度が高い（高純度な）薬品を製造することができる。

## 【0 1 0 2】

○上記第一実施形態では、工業用ガスを精製する手段として純水のシャワーによるガス洗浄部 1 2 に具体化した但、この手段の構成を適宜変更しても良く、例えばスタティックミキサを用いて実施しても良い。工業用ガスと純水を共にスタティックミキサに入れて混合することによりガスと純水の接触面積が増大し、効率良く工業用ガスを精製することができる。

## 【0 1 0 3】

○上記各実施形態では、製品用ポンプ 5 1, 1 0 7 を駆動して製造した薬品を生産設備 3 に供給するようにしたが、その他の方法、例えば不活性ガスをタンク 2 1, 8 7 に供給してガスの圧力にて薬品を生産設備 3 に供給する方法を用いて実施しても良い。

## 【0 1 0 4】

○上記各実施形態では、薬品の濃度を測定するために温度計 4 0、超音波伝達速度測定器 4 1、導電率測定器 4 2 を使用したが、超音波伝達速度測定器 4 1、導電率測定器 4 2、粘度測定器及び比重測定器のうちの少なくとも 1 つと温度計 4 0 を使用して薬品の濃度を測定するようにしても良い。

## 【0 1 0 5】

以上の実施形態をまとめ、本発明の構成に関する以下の事項を開示する。

(1) 前記冷却部は、前記薬品の製造タンクと前記配管の間で前記薬品を循環させるポンプと、前記薬品を循環させる配管に設けられた冷却器とを備えたことを特徴とする請求項 5 に記載の薬品製造装置。

## 【0 1 0 6】

(2) 前記冷却部として、液化ガスを貯留したガスボンベと前記薬品を製造するタンクの間で熱交換する熱交換器を備えたことを特徴とする請求項 5 に記載

の薬品製造装置。

【0 1 0 7】

(3) 前記ガスの溶解における反応熱を温度計にて測定し、該測定結果から溶解したガス量を算出し、該ガス量から前記薬品の濃度を演算することを特徴とする請求項 7 に記載の薬品製造装置。

【0 1 0 8】

(4) 前記ガスを貯えた容器の重量を測定し、該測定結果から使用したガスの量を算出し、前記薬品の濃度を演算することを特徴とする請求項 7 に記載の薬品製造装置。

【0 1 0 9】

(5) ガスとして、アンモニアガス、フッ化水素ガス、硫化水素ガス、塩化水素ガスの少なくとも一つを使用することを特徴とする請求項 2 に記載の薬品製造装置。

【0 1 1 0】

(6) ガスにアンモニアガスを使用し、アンモニア水、アンモニア水と過酸化水素の混合液、フッ化アンモニウムとフッ酸の混合液の少なくとも一つの薬品を製造することを特徴とする請求項 2 に記載の薬品製造装置。

【0 1 1 1】

(7) 氷粒を生成する氷粒生成装置を備え、前記氷粒にガスを接触させてガスを純水に溶解させることを特徴とする請求項 2 に記載の薬品製造装置。

(8) 前記ガスを供給する配管に流量制御手段を備え、該流量制御手段を制御して必要量に応じたガスを供給することを特徴とする請求項 1 1 に記載の薬品製造装置。

【0 1 1 2】

(9) 前記ガスを貯える容器において、前記容器中のガス重量を測定し、ガスの供給量を測定することにより、必要量に応じたガスを供給することを特徴とする請求項 1 1 に記載の薬品製造装置。

【0 1 1 3】

(10) 前記ガス溶解部から供給される薬品中に含まれる未溶解ガスを分離

する疎水性のフィルタを備え、分離した未溶解ガスを前記排気制御部に供給することを特徴とする請求項 1 1 に記載の薬品製造装置。

【0 1 1 4】

(1 1) 薬品製造後の配管の途中に薬品の濃度を測定する手段を備え、該測定結果によって製造後の薬品をポンプによって循環し、再び必要量に応じたガスを供給し、規定濃度内に薬品を調製することを特徴とする請求項 1 1 に記載の薬品製造装置。

【0 1 1 5】

(1 2) 製造した薬品に、前記で原料としたガスと別の原料を供給し、少なくとも一成分系以上の薬品を製造し供給することを特徴とする請求項 2 又は 1 1 に記載の薬品製造装置。

【0 1 1 6】

(1 3) 前記ガスを純水にて洗浄して精製するガス洗浄部を備え、精製後のガスを生産設備に供給することを特徴とする請求項 2 又は 1 1 に記載の薬品製造装置。

【0 1 1 7】

【発明の効果】

以上詳述したように、本発明によれば、ガスを製造タンクに貯えた純水又は混合液に溶解させて薬品を製造するガス溶解部と、ガス溶解部からの排気の量を制御する排気制御部、及び、ガス溶解部から一定量の薬品を排水する排水制御部の少なくとも一方を備え、排気制御及び排水制御の少なくとも一方とガスの溶解を同時に実施する。排気及び排水には、ガスの不純物が含まれる。従って、一般工業用のガスの溶解と薬品の精製が同時に行われるため、薬品の購入費用が大幅に低減できると共に、短時間で安定した薬品を製造し電子デバイスの生産設備に供給することができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】 クローズドシステムの概略図である。

【図 2】 第一実施形態のガス溶解精製装置の概略図である。

【図 3】 バブラー部の説明図である。

【図 4】 ガス洗浄部の説明図である。

【図 5】 ガス回収部の説明図である。

【図 6】 別のバブラー部の説明図である。

【図 7】 別のバブラー部の説明図である。

【図 8】 別のバブラー部の説明図である。

【図 9】 別のバブラー部の説明図である。

【図 10】 熱交換の説明図である。

【図 11】 別の溶解方法の説明図である。

【図 12】 第二実施形態のガス溶解精製装置の概略図である。

【符号の説明】

1 薬品製造装置

3 生産設備

13 ガス回収部

21 薬品製造タンク

22, 83 ガス溶解部

23, 84 排気制御部

24, 89 排水制御部

32～35, 94～96 流量制御部としての制御バルブ

36～38, 97～99 流量制御部としてのマスフローコントローラ

39 バブラー部

39a 噴出口

40 温度計

41 超音波伝達速度測定器

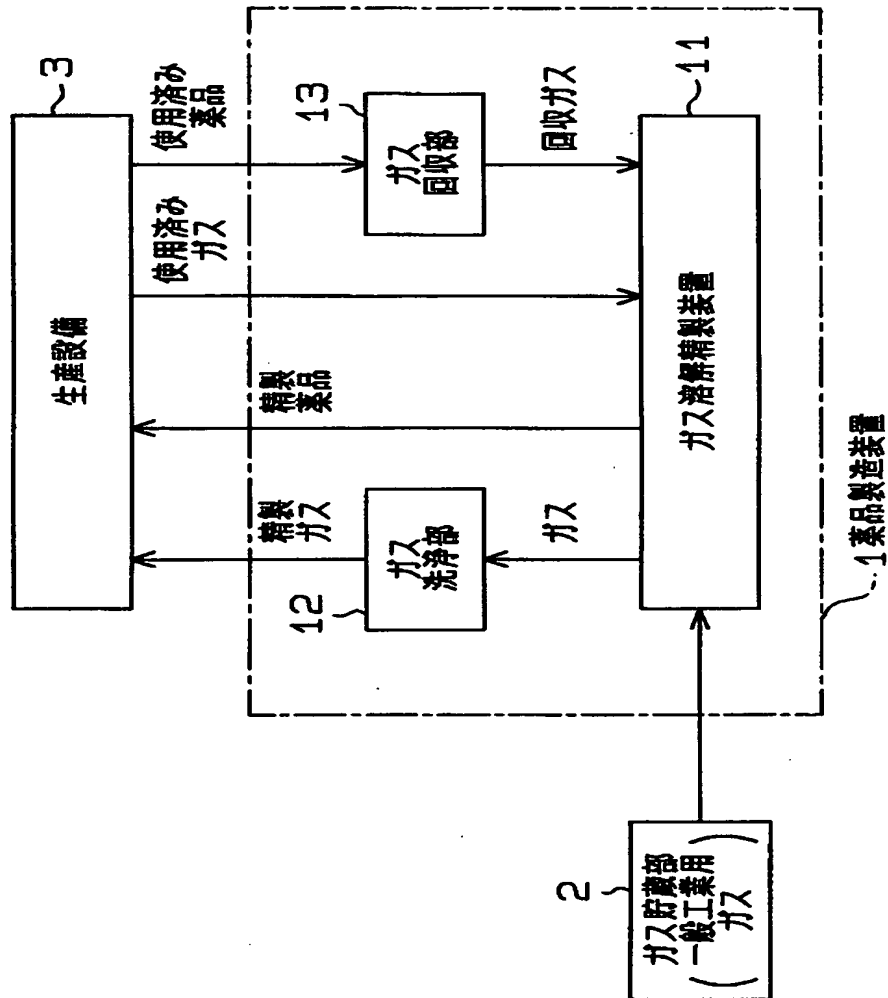
42 導電率測定器

74 誘導板

【書類名】 図面

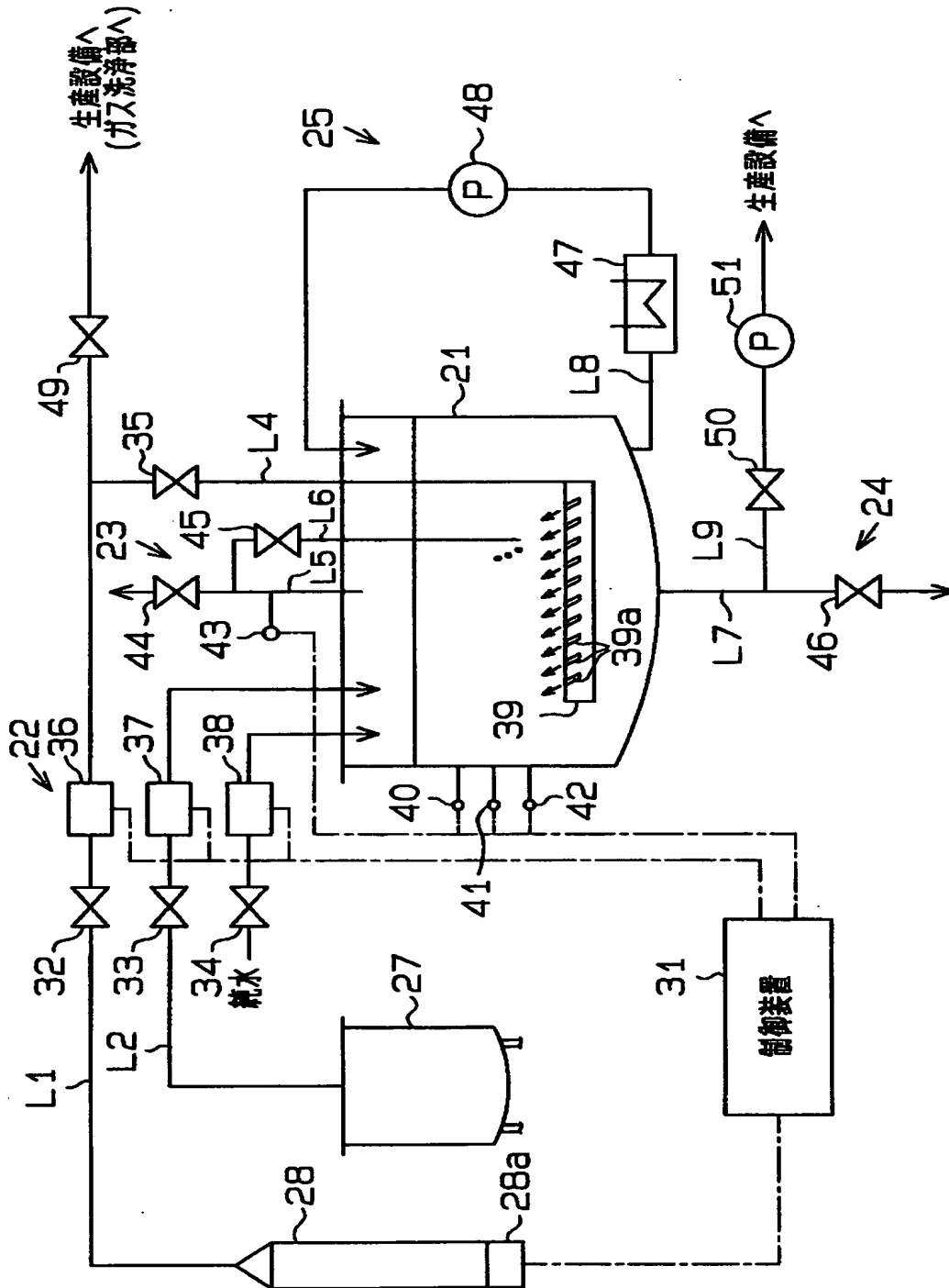
【図 1】

クローズドシステム概略図

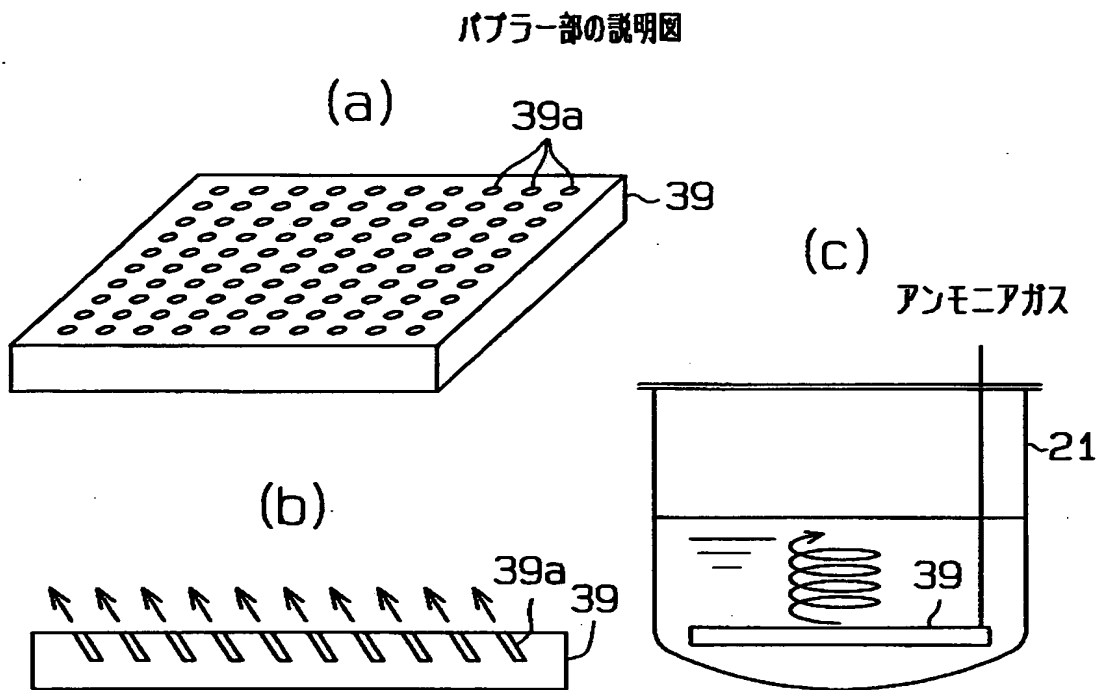


【図 2】

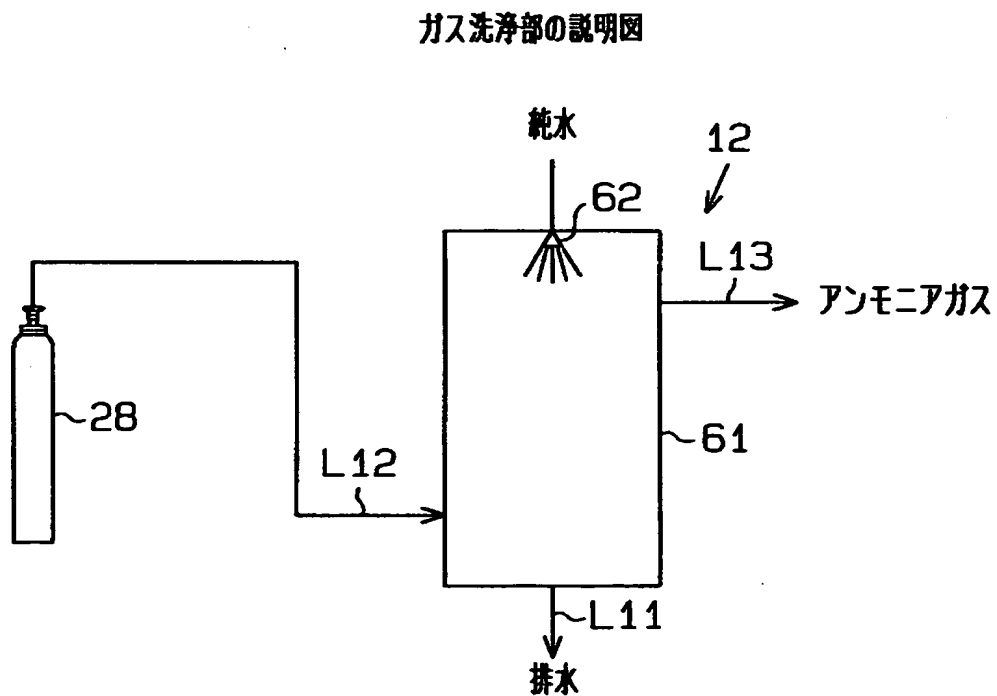
第一実施形態のガス溶解精製装置の概略図



【図 3】

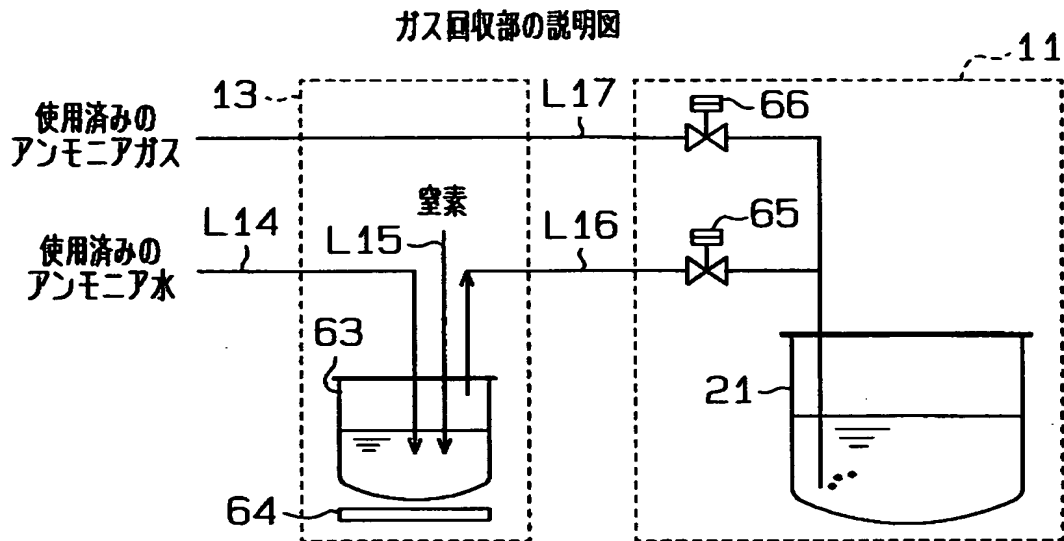


【図 4】

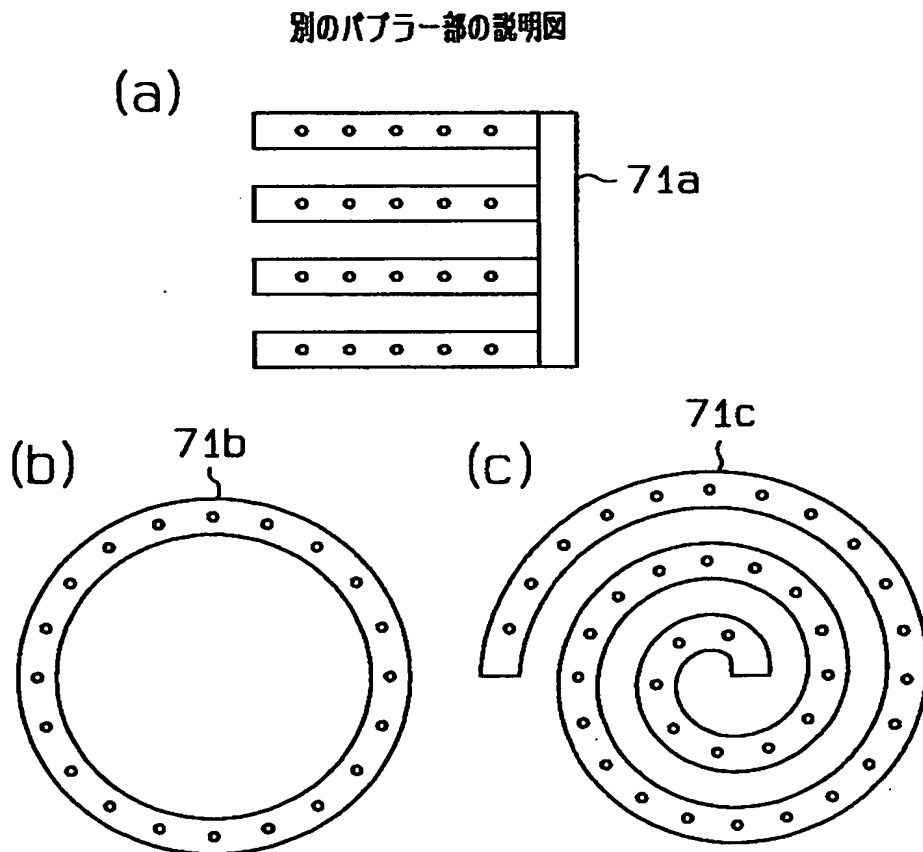




【図 5】

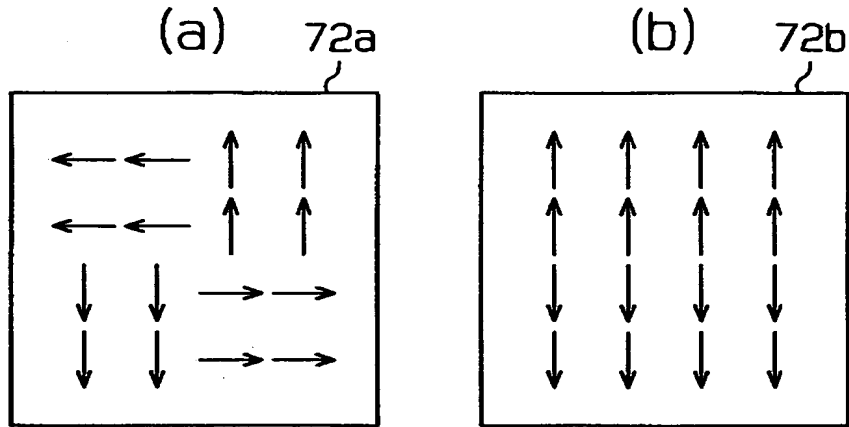


【図 6】



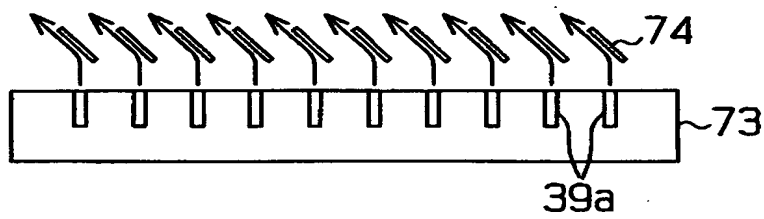
【図 7】

別のバブラー部の説明図



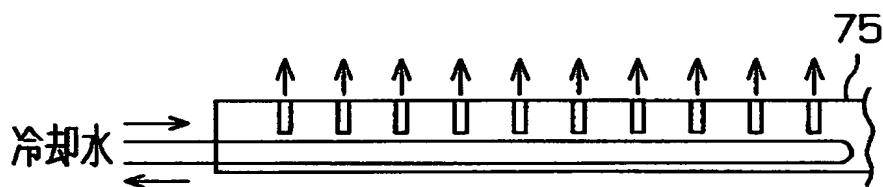
【図 8】

別のバブラー部の説明図



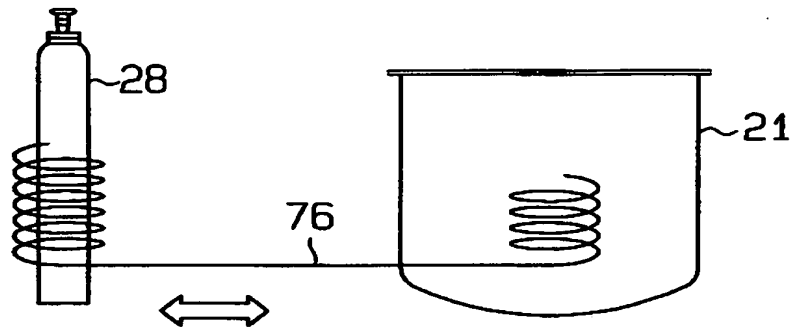
【図 9】

別のバブラー部の説明図



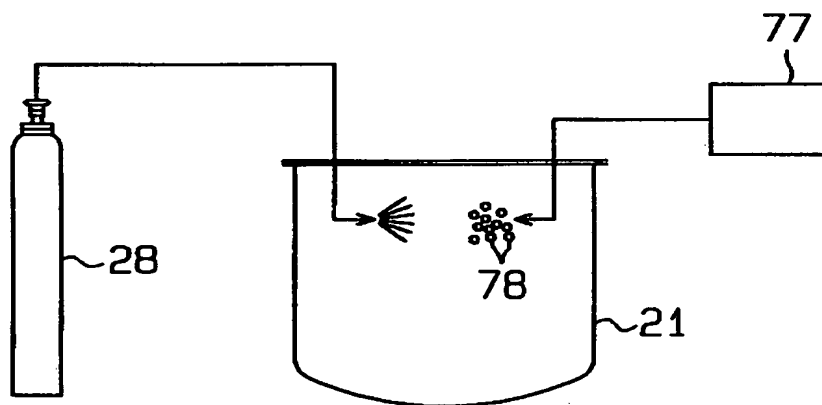
【図 1 0】

熱交換の説明図



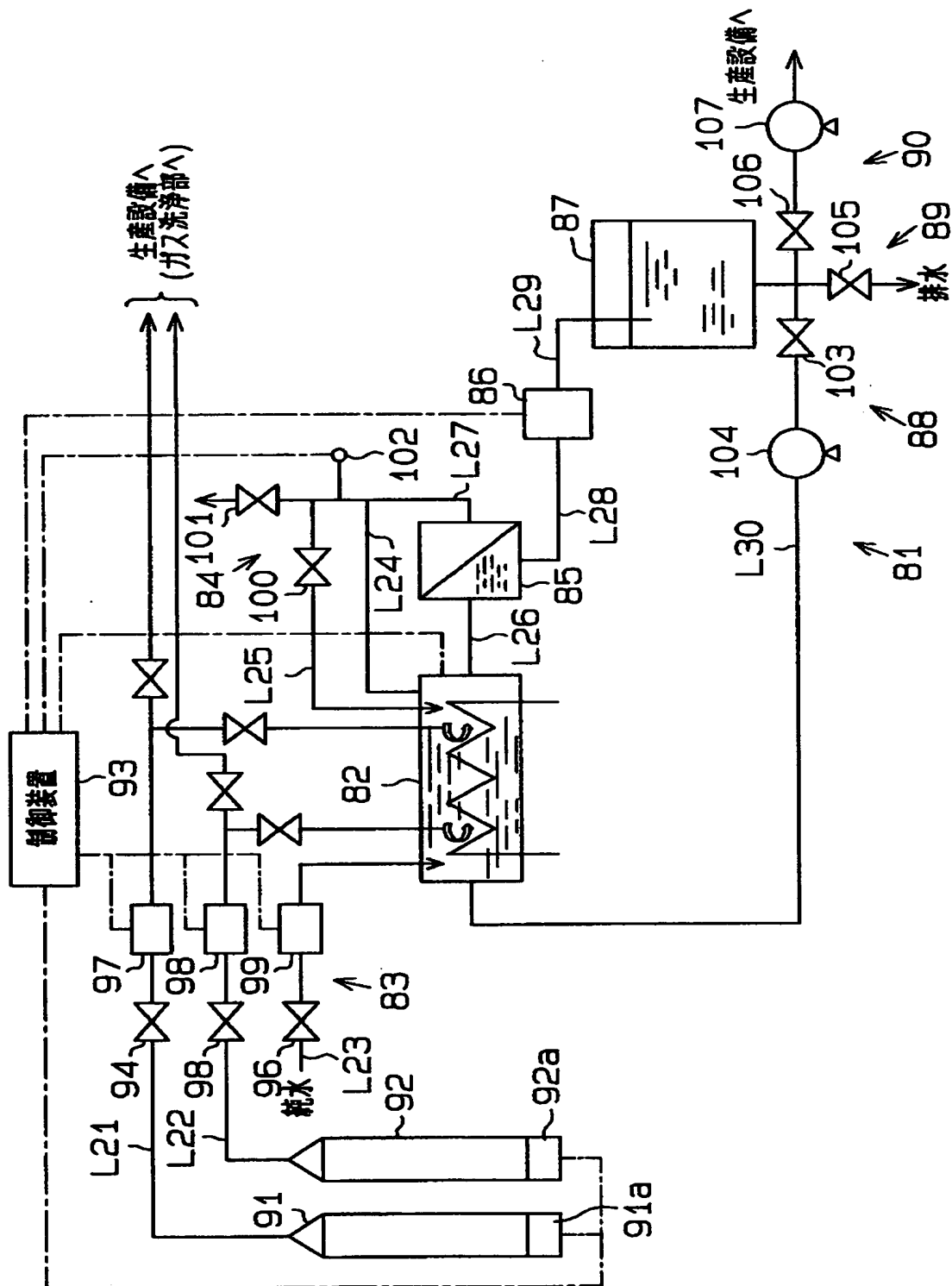
【図 1 1】

別の溶解方法の説明図



【図 12】

第二実施形態のガス溶解精製装置の概略図



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】一般工業用ガスを用いてコストの低減を図ることのできる薬品製造装置を提供すること。

【解決手段】一般工業にて使用されるガスを薬品製造タンク 2 1 に貯えた純水又は混合液に溶解させて薬品を製造するとともに、排気の量を制御する排気制御部 2 3、及び、ガス溶解部から一定量の薬品を排水する排水制御部 2 4 の少なくとも一方を同時に実施する。排気及び排水には、ガスの不純物が含まれる。従って、一般工業用のガスの溶解と薬品の精製が同時に行われる。

【選択図】 図 2

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [0 0 0 0 0 5 2 2 3]

1. 変更年月日 1 9 9 6 年 3 月 2 6 日

[変更理由] 住所変更

住 所 神奈川県川崎市中原区上小田中 4 丁目 1 番 1 号

氏 名 富士通株式会社

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000237617]

1. 変更年月日	1990年 9月 6日
[変更理由]	新規登録
住 所	愛知県春日井市高蔵寺町2丁目1844番2
氏 名	富士通ヴィエルエスアイ株式会社